

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-314798

(43)Date of publication of application : 13.11.2001

(51)Int.Cl.

B05C 9/14

B05D 3/04

F26B 13/02

G03C 1/74

(21)Application number : 2000-135726

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 09.05.2000

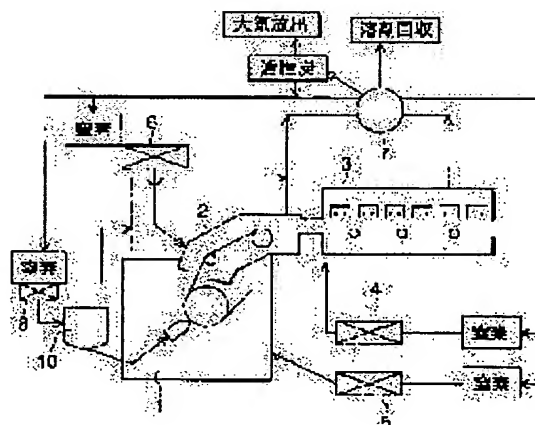
(72)Inventor : TOBISAWA SEIICHI

## (54) COATING/DRYING DEVICE, COATING/DRYING METHOD AND COATED MATERIAL MANUFACTURE THEREBY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coating/drying device for keeping the quality of the surface of a coating film excellent after drying while increasing the recovery efficiency of an applied solvent in case of manufacturing a photosensitive material or a display material using the solvent, the coating/drying method and a coated material having the quality of the surface of the coating film kept excellent.

SOLUTION: A coating/drying device having at least a coating process and drying processes, has at least 2 drying processes existing under an inert gas atmosphere and each having a structure to recover the evaporated solvent, after the coating process. The drying process nearest to the coating process among the drying processes has a drying rate slower than that in the next drying process.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.08.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the spreading object built by the spreading dryer for performing manufacture of the spreading mold sensitive material which used the solvent, and a display ingredient, the spreading desiccation approach, and it.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to prevent ignition explosion etc. and to secure safety, spreading desiccation is performed under an inert gas ambient atmosphere, and the device of solvent recovery is prepared in the spreading dryer, so that it may discharge outside in consideration of work environment and environmental destruction may not be caused in the spreading dryer which uses a solvent in recent years, in order to keep a worker's health.

[0003] For example, condensation recovery of the organic solvent which is made to connect a spreading room and drying room with JP,63-70246,A, a 63-70247 official report, and a 63-70248 official report, supplies inert gas to each, cools the inert gas discharged from these, and is contained there is carried out, and the technique which reuses the inert gas which remained is indicated. Moreover, the technique of raising the effectiveness of a heat exchange machine in relation to organic solvent recovery is indicated by JP,6-320078,A. By these approaches, since the problem of the desiccation approach itself of what can be raised to some extent was not solved, the recovery effectiveness of a solvent had the fault of not being enough, about paint film surface quality, when it applied to spreading, the spreading object containing especially particulate matter, for example, the silver halide photosensitive material etc., of an important spreading object etc.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention is to offer the spreading object which kept good the quality on the spreading dryer for keeping good the quality on the front face of a paint film after desiccation, the spreading desiccation approach, and the front face of a paint film, though the recovery effectiveness of the solvent currently used when performing manufacture of the sensitive material which used the solvent, and a display ingredient is gathered.

[0005]

[Means for Solving the Problem] this invention persons performed spreading desiccation under the inert gas ambient atmosphere, and resulted that the purpose of this invention was attained in a header and this invention by adjusting the desiccation conditions, inert gas blasting conditions, and inert gas component in that case.

[0006] That is, the purpose of this invention is attained by taking any of the following configuration they are.

[1] It is the spreading dryer which has the desiccation process which has the device in\_ which the solvents which existed and evaporated under at least two inert-gas ambient atmospheres after this spreading process in the spreading dryer which has a spreading process and a desiccation process at least are collected, and is characterized among these desiccation processes by the rate of drying of the

desiccation process nearest to a spreading process being slow than the rate of drying of the following desiccation process.

[0007] [2] It is the spreading dryer given in [1] characterized by the drying temperature of the desiccation process nearest to a spreading process being lower than the drying temperature of the following desiccation process among said desiccation processes.

[0008] [3] The spreading dryer characterized by adjusting the direction of the blowdown so that the inert gas blowing off may not hit a direct spreading object front face at the desiccation process following a spreading process in the spreading dryer which has the spreading process and desiccation process which are under an inert gas ambient atmosphere at least.

[0009] [4] The spreading dryer given in [3] characterized by the residual solvent concentration of a spreading object being more than 20 mass % at a desiccation process.

[0010] [5] The spreading dryer of [1]- [4] which circulates each process of a spreading process and a desiccation process, and is characterized by collecting solvents from the this collected inert gas at least after collecting the inert gas containing the solvent which evaporated given in any 1 term.

[0011] [6] The spreading dryer given in [5] characterized by recovery of the solvent from the inert gas containing the collected solvents which evaporated being made by adsorption by liquefaction and activated carbon of a solvent.

[0012] [7] [5] to which inert gas after solvents were collected is characterized by being reused, or a spreading dryer given in [6].

[0013] [8] Each process of spreading and desiccation is the spreading dryer of [1]- [7] characterized by adjusting the inert gas flow rate independently given in any 1 term.

[0014] [9] Each process of spreading and desiccation is the spreading dryer of [1]- [8] characterized by adjusting process temperature independently given in any 1 term.

[0015] [10] The average oxygen density of each process of spreading and desiccation is the spreading dryer of [1]- [9] characterized by being adjusted to below 2 mass % given in any 1 term.

[0016] [11] The spreading dryer of [1]- [10] characterized by all the processes of spreading and desiccation being closed processes given in any 1 term.

[0017] [12] [1] The spreading desiccation approach characterized by using the spreading dryer of - [11] given in any 1 term.

[0018] [13] The spreading object characterized by being in contact with the inert gas ambient atmosphere below moisture concentration 1 mass % in the spreading object obtained from the coating liquid containing an organic solvent in a process until residual solvent concentration is dried by 40 mass % at least from spreading.

[0019] [14] The spreading object given in [13] with which a spreading object is characterized by being sensitive material and a display ingredient.

[0020] [15] The spreading object given in [14] with which a spreading object is characterized by being silver halide photosensitive material.

[0021] In this invention, it has at least two desiccation processes after a spreading process, and among said desiccation processes, the rate of drying of the desiccation process nearest to a spreading process is set up so that it may become later than the rate of drying of the following desiccation process. In order to adjust a rate of drying, drying temperature and adjustment of the desiccation style are mentioned, but in this invention, in order to maintain paint film surface quality good, adjustment by drying temperature is desirable.

[0022] In consideration of evaporation of a solvent, it is 10-30 degrees C, and preferably, the temperature T0 of a spreading process is 15-25 degrees C, and is 18-25 degrees C still more preferably. Moreover, the range of a spreading process of the drying temperature T1 of the desiccation process nearest to a spreading process is temperature T0-T0+8 degree C, it is T0-T0+5 degree C preferably, and is T0-T0+3 degree C still more preferably. the drying temperature of the next desiccation process of a desiccation process nearest to a spreading process -- T0+8 degree-C-T0+40 degree C -- it is -- desirable -- T0+10degree-C-T -- 0+30 degrees C is T0+15 degree-C-T0+25 degree C still more preferably.

[0023] As for spreading, in this invention, being made on the base material which is moving is desirable.

The base material which moves is for example, a product made from plastics, and polyester base materials, such as polyethylene terephthalate and polyethylenenaphthalate, polystyrene, syndiotactic polystyrene, a polycarbonate, etc. are mentioned.

[0024] Although the passing speed of a base material is decided with a spreading rate, generally, it is a part for 20-500m/, is a part for 50-400m/preferably, and is a part for 100-350m/still more preferably.

[0025] At the desiccation process nearest to a spreading process, it dries until residual solvent concentration becomes 50 mass % at least, and as for the following desiccation process, it is still more desirable to dry until it becomes 20 mass % at least. It is desirable to dry finally below at 5 mass %. Residual solvent concentration expresses with  $S/W \times 100$  the amount S of solvents contained in the spreading object W here. The amount of solvents extracts a fixed sample (10cmx10cm), and measures mass W0 quickly. The mass of a base material is deducted from W0, and it asks for W. Subsequently, 120 degrees C of the sample are heated for 3 hours, and a solvent is evaporated completely. The mass of the sample after cooling is measured and a part from W0 reduced its weight is set to S.

[0026] In this invention, in order to avoid the recovery effectiveness of the solvent used for spreading, and the risk of a fire, a spreading process and a desiccation process are under an inert gas ambient atmosphere. In ordinary temperature and ordinary pressure, the gas which does not have a bad influence on a spreading object is said, nitrogen gas, the choke damp, gaseous helium, etc. are mentioned, and nitrogen gas of inert gas is the most desirable.

[0027] At the desiccation process nearest to the spreading process and spreading process in this invention, the inert gas concentration used for desiccation is a thing more than 99 mass % as purity. Preferably, it is 99.5 mass % and is more than 99.9 mass % still more preferably.

[0028] it is contained in the inert gas of this invention -- impure -- a part -- \*\*\*\*\* -- although oxygen, moisture, etc. are mentioned, it is desirable that oxygen is below 0.2 mass % and moisture is below 0.1 mass %.

[0029] In this invention, the average oxygen density of a spreading desiccation process is preferably adjusted to below 1 mass % below 2 mass % using the inert gas of the above-mentioned purity. An average oxygen density is the concentration which equalized concentration distribution of the oxygen in a process, and it can ask by count here from the amount of air and the amount of inert gas to incorporate.

[0030] At the spreading process and desiccation process under an inert gas ambient atmosphere, the direction of the blowdown is adjusted so that the inert gas blowing off may not hit a direct spreading object front face. For example, it passes to the base material and parallel which move, or a cover is formed in a diffuser, and it is adjusted so that it may not hit directly. Since a wind ripple will occur on a paint film front face and the quality of a spreading object will be lowered to it, when direct gas hits the paint film side of a spreading object with high residual solvent concentration, while residual solvent concentration is more than 50 mass % still more preferably more than 35 mass % preferably more than 20 mass %, the direction of the blowdown is adjusted so that inert gas may not hit a direct paint film side.

[0031] Generally, although it was enough taken into consideration about the oxygen density and was used since inert gas was used in order to prevent ignition explosion of a solvent, this invention persons also found out that moisture concentration in case the paint film other than the blowdown of the inert gas to a paint film side dries influences very much in paint film surface quality. therefore, a process until, as for a spreading object, residual solvent concentration is dried for a paint film front face by 40 mass % at least after spreading -- setting -- the inert gas below moisture concentration 1 mass % -- preferably, below 0.8 mass %, a process is conveyed so that the inert gas ambient atmosphere below 0.5 mass % may be touched still more preferably.

[0032] Moreover, when a spreading object is silver halide photosensitive material, in order that moisture may affect the photograph engine performance itself, the manufactures under the above-mentioned conditions are indispensable requirements.

[0033] In this invention, although the die length of a desiccation process changes also with the thickness of a spreading object, and classes of solvent used, generally it is 5-800m, and is 10-300m preferably.

[0034] Moreover, spreading width of face is 0.3-5m, and is 0.8-3m preferably. As a spreading method, an extrusion coat, a curtain coat, a DIP coat, a reverse roll coat, etc. can be used.

[0035] Although the general range of it is 0.1-200 micrometers, spreading thickness has desirable 20-100 micrometers, when the quality of finished goods of a paint film side is taken into consideration.

[0036] This invention relates to the spreading dryer in the case of performing manufacture of the spreading mold sensitive material which used the solvent, and a display ingredient, the spreading desiccation approach, and a spreading object. Remarkable effectiveness is acquired when it applies to especially silver halide photosensitive material.

[0037] It is desirable to also separate physically a coating liquid preparation container (preparation iron pot) in the state of sealing furthermore in addition to a spreading process and a desiccation process, to make each into an inert gas ambient atmosphere, and to consider as the spreading dryer which collects the in process and discharged spreading solvents. By inert gas's circulating through a preparation part, a spreading process, and a desiccation process by this, and there being no loss of inert gas, and contacting solvent gas to a cooling surface, liquefaction condensation is carried out, and solvents can be collected and it can consider as a spreading dryer with the recovery circulation system by which full sealing was carried out by making Rhine circulate through the inert gas after solvent recovery again.

[0038] In addition, also conventionally, making the interior of a coating liquid preparation container into an inert gas ambient atmosphere might be performed. However, although the inert gas used inside the coating liquid preparation container has comparatively many amounts, the case currently emitted to atmospheric air is almost the case.

[0039] When it circulates effectively and a most high-concentration solvent is included, sending the inert gas which contained the solvent by adopting the above-mentioned method into a desiccation process and the process which solvent concentration increased gradually from the interior of a spreading preparation container, and a spreading process, by contacting a cooling surface, it is possible to collect solvents efficiently and achievement of so-called "zero emission" without discharge of a solvent is attained from the inside of works.

[0040] The inert gas which circulated each process is discharged from the inert gas exhaust port attached in each process. Although it may move even to the process which is a next door a part, since an exhaust air facility is independently formed also in the next process, recovery effectiveness does not fall. However, when the inert gas which stopped the process and contained the low-concentration solvent occurs, in order that recovery effectiveness may fall only by the solvent recovery according inert gas to the supply like usual, and exhaust air, it is desirable to use together the solvent recovery approach of making it sticking to activated carbon.

[0041] Inert gas may be passed by the case where it passes along the conveyance direction of a base material, and the reverse of the conveyance direction, and is chosen for convenience' sake on the property of the coating liquid, or a facility. In this invention, since it aims at recovery of an efficient solvent, passing along the conveyance direction is desirable.

[0042] The inert gas containing a solvent may be used for a preparation process as it is for the stability improvement of coating liquid adjustment of the deposit by desiccation of delivery and a solvent etc., and coating liquid storage.

[0043]

[Embodiment of the Invention] Drawing 1 is drawing having shown the configuration in order to explain the spreading dryer with which this invention is applied.

[0044] the spreading dryer in this invention consists of two or more desiccation processes (this -- the 1st desiccation process and the 2nd desiccation process -- it will be called ...) connected with the spreading process 1 which applies, and it. The temperature control of each is carried out independently, and it has the inert gas (in drawing 1, nitrogen gas is used as example) temperature-control device and feeder style which became independent further, and a discharge device. 4, 5, 6, and 8 showed respectively the heat exchange machine used for a temperature control. Coating liquid is supplied to the spreading process 1 from the preparation iron pot 10. This preparation iron pot is also set under the inert gas ambient atmosphere. The inert gas discharged from each serves as the device in which bring together in one

sequence and coagulator 7 recovers a solvent. The inert gas after collecting solvents is again turned to a feeder style. In case equipment is stopped, in order to raise the recovery of a solvent further, solvent adsorption by activated carbon is performed and inert gas is emitted to atmospheric air.

[0045] The drying temperature of the 1st desiccation process 2 is set up lower than the drying temperature of the 2nd desiccation process 3. The drying temperature of the 1st desiccation process 2 is 20 degrees C, and the drying temperature of the 2nd desiccation process 3 is 35 degrees C. Moreover, although not illustrated, the direction of the inert gas blowdown to a desiccation process is adjusted so that it may not blow off directly in a spreading object.

[0046]

[Example] Next, although this invention is concretely explained based on an embodiment, thereby, this invention is not limited.

[0047] As shown in an one or less-example example, the image recording medium containing organic silver was manufactured, and it compared with the conventional technique.

[0048] Performed corona discharge treatment of 8 W/m<sup>2</sup> and a part to both sides of 100micromPET film [ finishing / the production <production of base material for PET undercoating finishing photographs> marketing biaxial extension heat setting of the base material for undercoating finishing photographs ] in thickness, and paint, one field was made to dry the following undercoating coating liquid a-1 so that it may become 0.8 micrometers of desiccation thickness, and it considered as the undercoating layer A-1. Moreover, paint, the field of the opposite side was made to dry the following antistatic finish undercoating coating liquid b-1 so that it may become 0.8 micrometers of desiccation thickness, and it considered as the antistatic finish undercoating layer B-1.

[0049]

<<undercoating coating liquid a-1>>

Butyl acrylate (30 mass %), t-butyl acrylate (20 mass %)

Styrene (25 mass %) and 2-hydroxyethyl acrylate (25 mass %) Copolymer latex liquid (30% of solid content) 270g (C-1) 0.6g Hexamethylene -1, 6-screw (ethylene urea) 0.8g 1l. is made with water.

[0050]

<<undercoating coating liquid b-1>>

Butyl acrylate (40 mass %), styrene (20 mass %) Copolymer latex liquid of glycidyl acrylate (40 mass %) (30% of solid content) 270g (C-1) 0.6g Hexamethylene -1, 6-screw (ethylene urea) 0.8g 1l. is made with water.

[0051] Corona discharge of 8 W/m<sup>2</sup> and a part is performed to the upper front face of the undercoating layer A-1 and the undercoating layer B-1. Then, on the undercoating layer A-1 On the undercoating layer B-1, it painted as an undercoating layer A-2 as the undercoating upper layer B-2 which has an antistatic function so that it may become 0.8 micrometers of desiccation thickness about the following undercoating upper coating liquid b-2 so that it might become 0.1 micrometers of desiccation thickness about the following undercoating upper coating liquid a-2.

[0052]

<<undercoating upper coating liquid a-2>>

Gelatin mass which becomes 0.4 g/m<sup>2</sup> (C-1) 0.2g (C-2) 0.2g (C-3) 0.1g Silica particle (mean particle diameter of 3 micrometers) 1l. is made with 0.1g water.

[0053]

<<undercoating upper coating liquid b-2>>

Gelatin 60g (C-4) Latex liquid used as a component (20% of solid content) 80g Ammonium sulfate 0.5g (C-5) 12g Polyethylene glycol (weight average molecular weight 600) 6g 1l. is made with water.

[0054]

[Formula 1]





the mole ratio of (98/2), and a potassium iodide 1xten - four mols per one mol of silver It added with the controled double jet method, maintaining at pAg7.7. After that 4-hydroxy-6-methyl - 1, 3, 3a, and 7-TETORAZA indene were added, pH was adjusted to 5 by NaOH, and the cube iodine-silver-bromide particle of 8% of coefficient of variation of 10% of projection diametral plane product and 87% of [100] side ratios was obtained whenever [ average grain-size / of 0.06 micrometers /, and mono dispersion ]. Flocking settling of the gelatin flocculant was used and carried out to this emulsion, phenoxyethanol 0.1g after demineralization processing was added, it adjusted to pH5.9 and pAg7.5, and the silver halide emulsion A was obtained. Furthermore, chloroauric acid and inorganic sulfur performed chemical sensitization.

[0058] (Preparation of a behenic acid Na solution) 32.4g of behenic acid, 9.9g of arachidic acid, and 5.6g of stearin acid were dissolved in 945ml pure water at 90 degrees C. Next, 98ml of 1.5 mols [ /l. ] sodium-hydroxide water solutions was added, stirring at high speed. Next, after adding 0.93ml of concentrated nitric acid, cooled at 55 degrees C, it was made to stir for 30 minutes, and the behenic acid Na solution was obtained.

[0059] (Preparation of the preform emulsion of behenic acid silver and the silver halide emulsion A) 15.1g of said silver halide emulsions A was added at the above-mentioned behenic acid Na solution, and the sodium-hydroxide solution adjusted to pH8.1. After that, 147ml of one mol [ /l. ] silver nitrate solutions was covered for 7 minutes, in addition, it stirred to the pan for 20 minutes, and the ultrafiltration removed water-soluble salts. The made behenic acid silver was 8% of particle whenever [ average grain-size / of 0.8 micrometers /, and mono dispersion ]. Water is removed after forming the flocks of a distributed object, and it was made to dry after performing removal of six more rinsings and water.

[0060] (Preparation of a photosensitive emulsion) After adding gradually 544g (17 mass %) of methyl-ethyl-ketone solutions of a polyvinyl butyral (mean molecular weight 3000), and toluene 107g to the preform emulsion which produced by carrying out like the above and mixing to it, it was made to distribute by 4000rpm. Sequential formation of following each class was carried out on said base material, and the sample was produced. In addition, the temperature of a spreading process considers 20 degrees C and a spreading rate as a part for 200m/, and other conditions are as being respectively shown in Table 1.

[0061] The liquid of the presentation below back side side spreading was applied.

[0062]

Cellulose acetate (10% methyl-ethyl-ketone solution) 15 ml/m<sup>2</sup> Color -1 7 mg/m<sup>2</sup> Color -2 7 mg/m<sup>2</sup> Whenever [ mono dispersion ] Mat agent : [ 15% average grain-size mono dispersion silica of 10 micrometers ] 30 mg/m<sup>2</sup> C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-SO<sub>3</sub>Na The sensitization layer and the surface protective layer were extruded and it applied with the coincidence multistory spreading method so that it might be shown below in 10 mg/m<sup>2</sup> sensitization stratification plane side spreading.

[0063] The liquid of an one or less sensitization layer presentation was applied so that a spreading silver content might become 2.1 g/m<sup>2</sup>.

[0064]

Preform emulsion 240g Sensitizing dye (0.1% methanol solution) 1.7ml Calcium bromide (0.1% methanol solution) 1.7ml Fogging inhibitor (10% methanol solution) 1.2ml 2-(4-chloro benzoyl) benzoic acid (12% methanol solution)

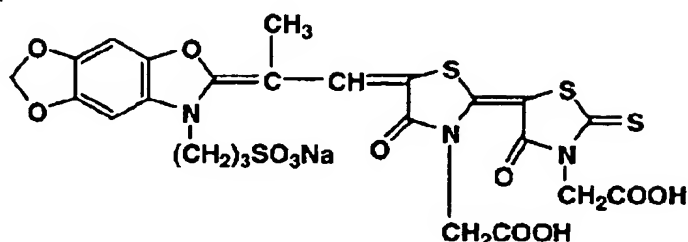
9.2ml 2-mercaptobenzimidazole (1% methanol solution)

11ml Tribromomethyl sulfo quinoline (5% methanol solution) 17ml Developer (20% methanol solution)

29.5ml [0065]

[Formula 3]

増感色素



[0066] The liquid of the presentation below a surface protective layer was applied on the sensitization layer.

[0067]

An acetone 35 ml/m<sup>2</sup> Methyl ethyl ketone 17 ml/m<sup>2</sup> Cellulose acetate 2.3 g/m<sup>2</sup> Methanol 7 ml/m<sup>2</sup> Phthalazine 250mg/m<sup>2</sup> 4-methyl phthalic acid 180 mg/m<sup>2</sup> Tetrachlorophthalic acid 150 mg/m<sup>2</sup> Tetrachlorophthalic anhydride 170 mg/m<sup>2</sup> Mat agent Whenever [ mono dispersion ] 10% average grain-size mono dispersion silica of 4 micrometers 70 mg/m<sup>2</sup> C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-SO<sub>3</sub>Na It exposed with the imager which has 810nm semiconductor laser in the heat developing sensitive material produced by 10 mg/m<sup>2</sup> <<exposure and the development>> above. Heat developing processing was carried out for 15 seconds at 110 degrees C using the auto-processor which has a heat drum after that. Exposure and development were performed in 23 degrees C and the room which carried out gas conditioning to RH 50% at that time.

[0068] Measurement [ of the optical transmission density in <<400nm ]>> -- Shimadzu -- make -- the transmission density in 400nm of the part of the sample unexposed section after development was measured using spectrophotometer UV-1200. In it, concentration was lower than the whole average 50%, and when the area exceeded the diameter of 50 micrometers, except for the defective point, 100 fluctuation per m of each concentration was measured to the spreading width direction, and was compared with it.

[0069] That to which a variation exceeds 3% is deficient in practicality.

Evaluation>> of <<heat developing backward fogging concentration By dividing into two, one of the two was fed into 50 degrees C and the compulsive degradation equipment of 50%RH for the heat developing sensitive material produced above for five days, and the fogging concentration was measured. Fogging concentration here means the concentration of the part which carried out exposure of 0% of halftone dots. What has a smaller value is better and the thing exceeding 0.04 is a problem practically.

[0070] A result is shown in Table 1.

[0071]

[Table 1]

実験 No.	乾燥工程温度(°C)		乾燥時間(分)		水分濃度 (質量%)	不活性ガスを直接当て 始めたときの残留溶媒量 (質量%)	濃度ムラ (標準偏差%)	カブリ	備 考
	第 1 工程	第 2 工程	第 1 工程	第 2 工程					
1	25	40	1	1	0.2	10	0.1	0.01	本発明
2	28	45	1	1	0.2	20	0.3	0.01	本発明
3	25	40	1	1	0.2	50	1.3	0.01	本発明
4	40	40	0.5	1	0.2	20	1.5	0.01	本発明
5	25	25	1	2	0.2	20	0.2	0.02	本発明
6	40	25	1	1	0.2	20	2.0	0.01	本発明
7	30	47	1	1	0.2	30	0.8	0.01	本発明
8	25	40	1	1	1.7	20	0.2	0.03	本発明
9	28	45	1	1	1.6	10	0.2	0.03	本発明
10	30	47	1	1	1.4	30	0.8	0.03	本発明
11	30	30	1	1	1.6	70	4.5	0.05	比 較
12	25	40	1	1	1.0	10	0.1	0.02	本発明
13	30	30	1	1	0.2	30	0.8	0.02	本発明
14	30	30	1	1	1.5	20	0.5	0.03	本発明

[0072] In addition, spreading nonuniformity produced what did not adjust the direction of the blowdown so that the inert gas which blows off at the desiccation process following a spreading process might not hit a direct spreading object front face, and the concentration nonuniformity after the development based on it was also generated.

[0073] Experiment No.11 are the comparison besides this invention. The property which has other things within the limits of which this invention, and is efficiently practical once is shown. As for experiment No.1, it turns out that it has the property which especially also has the desiccation process conditions specified at claim 1 in within the limits also in the convention of moisture concentration and the amount of residual solvents which specifies at claim 13, therefore was excellent especially.

[0074]

[Effect of the Invention] Though the recovery effectiveness of the solvent currently used when this invention performs manufacture of the sensitive material which used the solvent, and a display ingredient is gathered, the spreading object which kept good the quality on the spreading dryer for keeping good the quality on the front face of a paint film after desiccation, the spreading desiccation approach, and the front face of a paint film can be offered.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

TECHNICAL FIELD

---

[Field of the Invention] This invention relates to the spreading object built by the spreading dryer for performing manufacture of the spreading mold sensitive material which used the solvent, and a display ingredient, the spreading desiccation approach, and it.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the spreading dryer which has the desiccation process which has the device in which the solvents which existed and evaporated under at least two inert-gas ambient atmospheres after this spreading process in the spreading dryer which has a spreading process and a desiccation process at least are collected, and is characterized among these desiccation processes by the rate of drying of the desiccation process nearest to a spreading process being slow than the rate of drying of the following desiccation process.

[Claim 2] It is the spreading dryer according to claim 1 characterized by the drying temperature of the desiccation process nearest to a spreading process being lower than the drying temperature of the following desiccation process among said desiccation processes.

[Claim 3] The spreading dryer characterized by adjusting the direction of the blowdown so that the inert gas blowing off may not hit a direct spreading object front face at the desiccation process following a spreading process in the spreading dryer which has the spreading process and desiccation process which are under an inert gas ambient atmosphere at least.

[Claim 4] The spreading dryer according to claim 3 characterized by the residual solvent concentration of a spreading object being more than 20 mass % at a desiccation process.

[Claim 5] The spreading dryer of claim 1-4 which circulates each process of a spreading process and a desiccation process, and is characterized by collecting solvents from the this collected inert gas at least after collecting the inert gas containing the solvent which evaporated given in any 1 term.

[Claim 6] The spreading dryer according to claim 5 characterized by recovery of the solvent from the inert gas containing the collected solvents which evaporated being made by adsorption by liquefaction and activated carbon of a solvent.

[Claim 7] The spreading dryer according to claim 5 or 6 with which inert gas after solvents were collected is characterized by being reused.

[Claim 8] Each process of spreading and desiccation is the spreading dryer of claim 1-7 characterized by adjusting the inert gas flow rate independently given in any 1 term.

[Claim 9] Each process of spreading and desiccation is the spreading dryer of claim 1-8 characterized by adjusting process temperature independently given in any 1 term.

[Claim 10] The average oxygen density of each process of spreading and desiccation is the spreading dryer of claim 1-9 characterized by being adjusted to below 2 mass % given in any 1 term.

[Claim 11] The spreading dryer of claim 1-10 characterized by all the processes of spreading and desiccation being closed processes given in any 1 term.

[Claim 12] The spreading desiccation approach characterized by using the spreading dryer of claim 1-11 given in any 1 term.

[Claim 13] The spreading object characterized by being in contact with the inert gas ambient atmosphere below moisture concentration 1 mass % in the spreading object obtained from the coating liquid containing an organic solvent in a process until residual solvent concentration is dried by 40 mass % at least from spreading.

[Claim 14] The spreading object according to claim 13 with which a spreading object is characterized by being sensitive material and a display ingredient.

[Claim 15] The spreading object according to claim 14 with which a spreading object is characterized by being silver halide photosensitive material.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-314798

(P2001-314798A)

(43) 公開日 平成13年11月13日 (2001. 11. 13)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード <sup>*</sup> (参考)
B 0 5 C 9/14		B 0 5 C 9/14	2 H 0 2 3
B 0 5 D 3/04		B 0 5 D 3/04	A 2 H 1 2 3
F 2 6 B 13/02		F 2 6 B 13/02	3 L 1 1 3
G 0 3 C 1/74		G 0 3 C 1/74	4 D 0 7 5
	3 5 1		3 5 1 4 F 0 4 2
審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 9 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-135726 (P2000-135726)

(22) 出願日 平成12年 5 月 9 日 (2000. 5. 9)

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿 1 丁目26番 2 号

(72) 発明者 飛沢 誠一

東京都日野市さくら町 1 番地コニカ株式会社  
社内

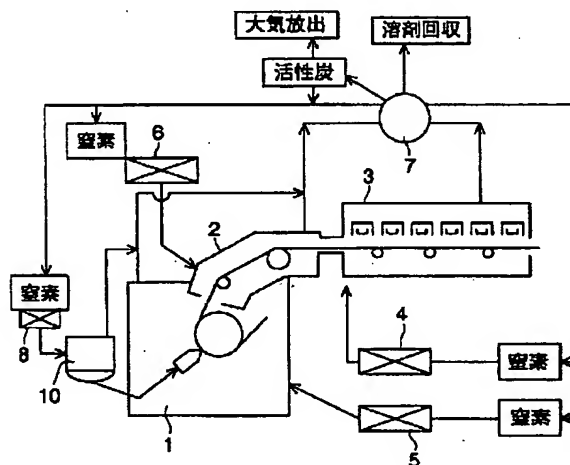
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 塗布乾燥装置、塗布乾燥方法及び其れにより造られた塗布物

(57) 【要約】

【課題】 溶剤を使用した感光材料及び表示材料の製造を行う場合において、使用されている溶剤の回収効率を上げながらも、乾燥後の塗膜表面の品質を良好に保つための塗布乾燥装置、塗布乾燥方法及び塗膜表面の品質を良好に保った塗布物を提供する。

【解決手段】 少なくとも塗布工程及び乾燥工程を有する塗布乾燥装置において、該塗布工程の後に少なくとも2つの、不活性ガス雰囲気下であり、蒸発した溶剤を回収する機構を有する乾燥工程を有し、該乾燥工程のうち最も塗布工程に近い乾燥工程の乾燥速度は、次の乾燥工程の乾燥速度よりも遅いことを特徴とする塗布乾燥装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも塗布工程及び乾燥工程を有する塗布乾燥装置において、該塗布工程の後に少なくとも 2 つの、不活性ガス雰囲気下であり、蒸発した溶剤を回収する機構を有する乾燥工程を有し、該乾燥工程のうち最も塗布工程に近い乾燥工程の乾燥速度は、次の乾燥工程の乾燥速度よりも遅いことを特徴とする塗布乾燥装置。

【請求項 2】 前記乾燥工程のうち最も塗布工程に近い乾燥工程の乾燥温度は、次の乾燥工程の乾燥温度よりも低いことを特徴とする請求項 1 記載の塗布乾燥装置。

【請求項 3】 少なくとも不活性ガス雰囲気下にある塗布工程及び乾燥工程を有する塗布乾燥装置において、塗布工程に続く乾燥工程では、吹き出される不活性ガスが、直接塗布物表面に当たらないように吹き出し方向が調整されていることを特徴とする塗布乾燥装置。

【請求項 4】 乾燥工程では、塗布物の残留溶剤濃度が 2.0 質量%以上であることを特徴とする請求項 3 記載の塗布乾燥装置。

【請求項 5】 少なくとも塗布工程及び乾燥工程のそれぞれの工程を流通し、蒸発した溶剤を含む不活性ガスを収集した後、該収集した不活性ガスから溶剤を回収することを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項記載の塗布乾燥装置。

【請求項 6】 収集した蒸発した溶剤を含む不活性ガスからの溶剤の回収が、溶剤の液化と活性炭による吸着によってなされることを特徴とする請求項 5 記載の塗布乾燥装置。

【請求項 7】 溶剤を回収された後の不活性ガスが、再利用されることを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の塗布乾燥装置。

【請求項 8】 塗布及び乾燥の各工程は独立に不活性ガス流量が調整されていることを特徴とする請求項 1～7 のいずれか 1 項記載の塗布乾燥装置。

【請求項 9】 塗布及び乾燥の各工程は独立に工程温度が調整されていることを特徴とする請求項 1～8 のいずれか 1 項記載の塗布乾燥装置。

【請求項 10】 塗布及び乾燥の各工程の平均酸素濃度は 2 質量%以下に調整されていることを特徴とする請求項 1～9 のいずれか 1 項記載の塗布乾燥装置。

【請求項 11】 塗布及び乾燥の全ての工程がクロード工程であることを特徴とする請求項 1～10 のいずれか 1 項記載の塗布乾燥装置。

【請求項 12】 請求項 1～11 のいずれか 1 項記載の塗布乾燥装置を用いたことを特徴とする塗布乾燥方法。

【請求項 13】 有機溶媒を含む塗布液から得られる塗布物を、塗布から残留溶媒濃度が少なくとも 4.0 質量%に乾燥されるまでの工程において、水分濃度 1 質量%以下の不活性ガス雰囲気に接していたことを特徴とする塗布物。

【請求項 14】 塗布物が、感光材料、表示材料であることを特徴とする請求項 13 記載の塗布物。

【請求項 15】 塗布物が、ハロゲン化銀写真感光材料であることを特徴とする請求項 14 記載の塗布物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、溶剤を使用した塗布型感光材料及び表示材料の製造を行うための塗布乾燥装置、塗布乾燥方法及び其れにより造られた塗布物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、溶剤を使用する塗布乾燥装置では、作業員の健康を守るため作業環境を考慮し、また外部に排出し環境破壊を起こさないように、そして引火爆発等を防ぎ安全性を確保するため、不活性ガス雰囲気下で塗布乾燥を行い、塗布乾燥装置には溶剤回収の機構が設けられている。

【0003】例えば、特開昭 63-70246 号公報、同 63-70247 号公報、同 63-70248 号公報には、塗布室と乾燥室を連結させ、それぞれに不活性ガスを供給し、これらから排出される不活性ガスを冷却してそこに含まれている有機溶剤を凝縮回収し、残った不活性ガスを再利用する技術が開示されている。また、特開平 6-320078 号公報には、有機溶剤回収に関連して熱交換機の効率を向上させる技術が開示されている。これらの方法では、溶剤の回収効率はある程度向上させることができるものの、乾燥方法自体の問題が解決されていないため、肝心の塗布物の、特に粒子状物質を含む塗布物、例えばハロゲン化銀写真感光材料等の塗布に適用した場合、塗膜表面品質に関しては充分ではないという欠点があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、溶剤を使用した感光材料及び表示材料の製造を行う場合において、使用されている溶剤の回収効率を上げながらも、乾燥後の塗膜表面の品質を良好に保つための塗布乾燥装置、塗布乾燥方法及び塗膜表面の品質を良好に保った塗布物を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、不活性ガス雰囲気下で塗布乾燥を行い、その際の乾燥条件、不活性ガス吹き付け条件及び不活性ガス成分を調整することにより本発明の目的が達成されることを見出し、本発明に至った。

【0006】即ち、本発明の目的は下記構成の何れかを採ることにより達成される。

〔1〕 少なくとも塗布工程及び乾燥工程を有する塗布乾燥装置において、該塗布工程の後に少なくとも 2 つの、不活性ガス雰囲気下であり、蒸発した溶剤を回収する機構を有する乾燥工程を有し、該乾燥工程のうち最も



塗布工程に近い乾燥工程の乾燥速度は、次の乾燥工程の乾燥速度よりも遅いことを特徴とする塗布乾燥装置。

【0007】〔2〕 前記乾燥工程のうち最も塗布工程に近い乾燥工程の乾燥温度は、次の乾燥工程の乾燥温度よりも低いことを特徴とする〔1〕記載の塗布乾燥装置。

【0008】〔3〕 少なくとも不活性ガス雰囲気下にある塗布工程及び乾燥工程を有する塗布乾燥装置において、塗布工程に続く乾燥工程では、吹き出される不活性ガスが、直接塗布物表面に当たらないように吹き出し方向が調整されていることを特徴とする塗布乾燥装置。

【0009】〔4〕 乾燥工程では、塗布物の残留溶剤濃度が20質量%以上であることを特徴とする〔3〕記載の塗布乾燥装置。

【0010】〔5〕 少なくとも塗布工程及び乾燥工程のそれぞれの工程を流通し、蒸発した溶剤を含む不活性ガスを収集した後、該収集した不活性ガスから溶剤を回収することを特徴とする〔1〕～〔4〕のいずれか1項記載の塗布乾燥装置。

【0011】〔6〕 収集した蒸発した溶剤を含む不活性ガスからの溶剤の回収が、溶剤の液化と活性炭による吸着によってなされることを特徴とする〔5〕記載の塗布乾燥装置。

【0012】〔7〕 溶剤を回収された後の不活性ガスが、再利用されることを特徴とする〔5〕又は〔6〕記載の塗布乾燥装置。

【0013】〔8〕 塗布及び乾燥の各工程は独立に不活性ガス流量が調整されていることを特徴とする〔1〕～〔7〕のいずれか1項記載の塗布乾燥装置。

【0014】〔9〕 塗布及び乾燥の各工程は独立に工程温度が調整されていることを特徴とする〔1〕～〔8〕のいずれか1項記載の塗布乾燥装置。

【0015】〔10〕 塗布及び乾燥の各工程の平均酸素濃度は2質量%以下に調整されていることを特徴とする〔1〕～〔9〕のいずれか1項記載の塗布乾燥装置。

【0016】〔11〕 塗布及び乾燥の全ての工程がクローズド工程であることを特徴とする〔1〕～〔10〕のいずれか1項記載の塗布乾燥装置。

【0017】〔12〕 〔1〕～〔11〕のいずれか1項記載の塗布乾燥装置を用いたことを特徴とする塗布乾燥方法。

【0018】〔13〕 有機溶媒を含む塗布液から得られる塗布物を、塗布から残留溶媒濃度が少なくとも40質量%に乾燥されるまでの工程において、水分濃度1質量%以下の不活性ガス雰囲気に接していたことを特徴とする塗布物。

【0019】〔14〕 塗布物が、感光材料、表示材料であることを特徴とする〔13〕記載の塗布物。

【0020】〔15〕 塗布物が、ハロゲン化銀写真感光材料であることを特徴とする〔14〕記載の塗布物。

【0021】本発明においては、塗布工程の後に少なくとも2つの乾燥工程を有し、前記乾燥工程のうち最も塗布工程に近い乾燥工程の乾燥速度は、次の乾燥工程の乾燥速度よりも遅くなるように設定する。乾燥速度を調整するためには、乾燥温度、乾燥風の調整が挙げられるが、本発明においては、塗膜表面品質を良好に維持するために乾燥温度による調整が好ましい。

【0022】塗布工程の温度 $T_0$ は、溶剤の蒸発を考慮して、 $10\sim 30^{\circ}\text{C}$ であり、好ましくは、 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ であり、さらに好ましくは $18\sim 25^{\circ}\text{C}$ である。また、塗布工程にもっとも近い乾燥工程の乾燥温度 $T_1$ は、塗布工程の温度 $T_0\sim T_0+8^{\circ}\text{C}$ の範囲であり、好ましくは $T_0\sim T_0+5^{\circ}\text{C}$ であり、さらに好ましくは、 $T_0\sim T_0+3^{\circ}\text{C}$ である。塗布工程にもっとも近い乾燥工程の次の乾燥工程の乾燥温度は、 $T_0+8^{\circ}\text{C}\sim T_0+40^{\circ}\text{C}$ であり、好ましくは $T_0+10^{\circ}\text{C}\sim T_0+30^{\circ}\text{C}$ 、さらに好ましくは、 $T_0+15^{\circ}\text{C}\sim T_0+25^{\circ}\text{C}$ である。

【0023】本発明においては、塗布は移動している支持体上になされるのが好ましい。移動する支持体は、例えばプラスチック製であり、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル支持体、ポリスチレン、シンジオタクチックポリスチレン、ポリカーボネート等が挙げられる。

【0024】支持体の移動速度は、塗布速度によって決められるが一般に、 $20\sim 500\text{m}/\text{分}$ であり、好ましくは $50\sim 400\text{m}/\text{分}$ であり、更に好ましくは、 $100\sim 350\text{m}/\text{分}$ である。

【0025】塗布工程に最も近い乾燥工程では、残留溶剤濃度が少なくとも50質量%になるまで乾燥され、さらに次の乾燥工程は少なくとも20質量%になるまで乾燥されるのが好ましい。最終的には5質量%以下にまで乾燥されるのが好ましい。ここで残留溶剤濃度とは、塗布物 $W$ 中に含まれる溶剂量 $S$ を $S/W\times 100$ で表したものである。溶剂量は一定の試料( $10\text{cm}\times 10\text{cm}$ )を採取し、質量 $W_0$ を素早く計る。 $W_0$ から支持体の質量を差し引いて $W$ を求める。次いでその試料を $120^{\circ}\text{C}$ 3時間加熱し、溶剤を完全に蒸発させる。冷却後試料の質量を測定し、 $W_0$ からの減量分を $S$ とする。

【0026】本発明では、塗布に使用した溶剤の回収効率及び火災の危険をさけるために、塗布工程及び乾燥工程は不活性ガス雰囲気下にある。不活性ガスとは、常温、常圧において、塗布物に悪影響を及ぼさないガスで、窒素ガス、二酸化炭素ガス、ヘリウムガス等が挙げられ、窒素ガスがもっとも好ましい。

【0027】本発明における、塗布工程及び塗布工程に最も近い乾燥工程では、乾燥のために使用される不活性ガス濃度は、純度として99質量%以上のものである。好ましくは、99.5質量%であり、更に好ましくは99.9質量%以上である。

【0028】本発明の不活性ガスに含まれる不純分とし

ては、酸素、水分等が挙げられるが、酸素は0.2質量%以下、水分は0.1質量%以下であることが好ましい。

【0029】本発明においては、上記純度の不活性ガスを用い、塗布乾燥工程の平均酸素濃度を2質量%以下、好ましくは1質量%以下に調整する。ここで平均酸素濃度とは、工程における酸素の濃度分布を平均化した濃度であり、取り込む空気の量と不活性ガスの量とから計算により求めることができる。

【0030】不活性ガス雰囲気下にある塗布工程及び乾燥工程では、吹き出される不活性ガスが、直接塗布物表面に当たらないように吹き出し方向が調整される。例えば、移動する支持体と平行に流したり、吹き出し口に覆いを設けて、直接当たらないように調整される。残留溶剤濃度が高い塗布物の塗膜面に直接ガスがあたると塗膜表面に風紋が発生し、塗布物の品質を落とすことになるため、残留溶剤濃度が20質量%以上、好ましくは35質量%以上、さらに好ましくは50質量%以上である間は、不活性ガスが直接塗膜面に当たらないように吹き出し方向を調整する。

【0031】一般に不活性ガスは、溶剤の引火爆発を防止するために使用されるため、酸素濃度に関しては十分考慮されて用いられているが、本発明者らは、塗膜表面品質には、塗膜面への不活性ガスの吹き出しの他に、塗膜が乾燥するときの水分濃度が非常に影響するというところをも見出した。そのため、塗布物は、塗膜表面が、塗布後から残留溶媒濃度が少なくとも40質量%に乾燥されるまでの工程において水分濃度1質量%以下の不活性ガス、好ましくは0.8質量%以下、さらに好ましくは0.5質量%以下の不活性ガス雰囲気に接するように工程を搬送される。

【0032】また、水分は塗布物がハロゲン化銀写真感光材料であった場合、写真性能自体にも影響を及ぼすため、上記条件下での製造は必須要件である。

【0033】本発明において、乾燥工程の長さは、塗布物の膜厚、使用される溶剤の種類によっても異なるが、一般に5~800mであり、好ましくは、10~300mである。

【0034】また塗布幅は、0.3~5mであり、好ましくは0.8~3mである。塗布方式としては、押し出しコート、カーテンコート、ディップコート、リバースロールコート等が使用できる。

【0035】塗布膜厚は、一般的な0.1~200 $\mu$ mの範囲であるが、塗膜面の仕上がり品質を考慮すると20~100 $\mu$ mが好ましい。

【0036】本発明は、溶剤を使用した塗布型感光材料及び表示材料の製造を行う場合における塗布乾燥装置、塗布乾燥方法及び塗布物に関するものである。特にハロゲン化銀写真感光材料に適用したときに顕著な効果が得られるものである。

【0037】さらに塗布工程、乾燥工程に加えて、塗布液調製容器（調液釜）をも物理的に密閉状態で分離し、それぞれを不活性ガス雰囲気にして、工程中で排出される塗布溶剤を回収する塗布乾燥装置とすることが望ましい。これにより調液部分と塗布工程及び乾燥工程を不活性ガスが循環し、不活性ガスのロスが無く、且つ、溶剤ガスを冷却面に接触させることにより、液化凝縮させて溶剤を回収し、溶剤回収後の不活性ガスを再びラインに循環させることで、完全密閉された回収循環システムを持つ塗布乾燥装置とすることができる。

【0038】尚、塗布液調製容器内部を不活性ガス雰囲気にすることは、従来でも行われることがあった。しかしながら、その塗布液調製容器内部で使用した不活性ガスは比較的量が多いにも係わらず、大気に放出しているケースがほとんどである。

【0039】上記方式を採用することにより、溶剤を含んだ不活性ガスを塗布調製容器内部、塗布工程から乾燥工程と溶剤濃度が徐々に増加した工程に送り込みながら、有効に循環し、もっとも高濃度の溶剤を含んだ時点で、冷却面に接触することにより、効率よく溶剤を回収することが可能であり、且つ工場内から溶剤の排出がないいわゆる“ゼロエミッション”が達成可能となる。

【0040】各々の工程を流通した不活性ガスは、各々の工程に取り付けられた不活性ガス排気口より排出される。一部隣の工程にまで移動することがあるが、隣の工程にも排気設備が独立に設けられるため、回収効率が落ちることはない。ただし、工程を止めたりして低濃度の溶剤を含んだ不活性ガスが発生する場合には、不活性ガスを通常の如き供給、排気による溶剤回収だけでは回収効率が落ちるため、活性炭に吸着させる溶剤回収方法を併用するのが好ましい。

【0041】不活性ガスは支持体の搬送方向に沿って流される場合と、その搬送方向の逆に流される場合があり、その塗布液の性質や設備上の都合により選択される。本発明においては、効率的な溶剤の回収を目的としているため搬送方向に沿って流すのが好ましい。

【0042】溶剤を含んだ不活性ガスは、調液工程にそのまま送り、溶剤の乾燥による析出等の塗布液調整、塗布液貯蔵の安定性改善のために利用してもよい。

【0043】

【発明の実施の形態】図1は、本発明が適用される塗布乾燥装置を説明するため、その構成を示した図である。

【0044】本発明における塗布乾燥装置は、塗布を実施する塗布工程1とそれに連結した複数の乾燥工程（これを第1乾燥工程、第2乾燥工程・・・と呼ぶことにする）とからなる。それぞれは、独立に温度調整され、さらに独立した不活性ガス（図1では窒素ガスを例として使用している）温度調整機構、供給機構、排出機構を持つ。温度調整に用いる熱交換機を各々4、5、6、8で示した。塗布工程1には、調液釜10から塗布液が供給

される。この調液釜も不活性ガス雰囲気下におかれている。各々から排出された不活性ガスは、一列に集めて凝集装置 7 で溶剤を回収する機構となっている。溶剤を回収後の不活性ガスは、再度供給機構に回される。装置を停止させたりする際には、さらに溶剤の回収率を高めるために、活性炭による溶剤吸着が行われ、不活性ガスは大気に放出される。

【0045】第 1 乾燥工程 2 の乾燥温度は、第 2 乾燥工程 3 の乾燥温度よりも低く設定されている。第 1 乾燥工程 2 の乾燥温度は、例えば 20℃であり、第 2 乾燥工程 3 の乾燥温度は、例えば 35℃である。また図示していないが、乾燥工程への不活性ガス吹き出し方向は、塗布物に直接吹き出されないように調整されている。

【0046】

【実施例】次に、本発明を実施態様に基づき具体的に説

《下引塗布液 a-1》

ブチルアクリレート (30 質量%)、*t*-ブチルアクリレート (20 質量%)、  
スチレン (25 質量%) 及び 2-ヒドロキシエチルアクリレート  
(25 質量%) の共重合体ラテックス液 (固形分 30%) 270 g  
(C-1) 0.6 g  
ヘキサメチレン-1, 6-ビス (エチレンウレア) 0.8 g  
水で 1 リットルに仕上げる。

【0050】

《下引塗布液 b-1》

ブチルアクリレート (40 質量%)、スチレン (20 質量%)、  
グリシジルアクリレート (40 質量%) の共重合体ラテックス液  
(固形分 30%) 270 g  
(C-1) 0.6 g  
ヘキサメチレン-1, 6-ビス (エチレンウレア) 0.8 g  
水で 1 リットルに仕上げる。

【0051】引き続き、下引層 A-1 及び下引層 B-1 の上表面に、8 W/m<sup>2</sup>・分のコロナ放電を施し、下引層 A-1 の上には、下記下引上層塗布液 a-2 を乾燥膜厚 0.1 μm になる様に下引層 A-2 として、下引層 B※

\* 明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。

【0047】実施例 1

以下の例に示すように、有機銀を含有した画像記録媒体の製造を実施し、従来技術と比較した。

【0048】下引済み写真用支持体の作製

〈PET 下引済み写真用支持体の作製〉市販 2 軸延伸熱固定済みの厚さ 100 μm PET フィルムの両面に 8 W/m<sup>2</sup>・分のコロナ放電処理を施し、一方の面に下記下引塗布液 a-1 を乾燥膜厚 0.8 μm になるように塗設し乾燥させて下引層 A-1 とした。また反対側の面に下記帯電防止加工下引塗布液 b-1 を乾燥膜厚 0.8 μm になるように塗設し乾燥させて帯電防止加工下引層 B-1 とした。

【0049】

※-1 の上には下記下引上層塗布液 b-2 を乾燥膜厚 0.8 μm になる様に帯電防止機能をもつ下引上層 B-2 として塗設した。

【0052】

《下引上層塗布液 a-2》

ゼラチン 0.4 g/m<sup>2</sup> になる質量  
(C-1) 0.2 g  
(C-2) 0.2 g  
(C-3) 0.1 g  
シリカ粒子 (平均粒径 3 μm) 0.1 g  
水で 1 リットルに仕上げる。

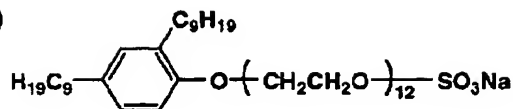
【0053】

《下引上層塗布液 b-2》

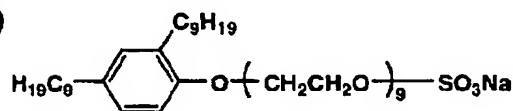
ゼラチン 60 g  
(C-4) を成分とするラテックス液 (固形分 20%) 80 g  
硫酸アンモニウム 0.5 g  
(C-5) 12 g  
ポリエチレングリコール (重量平均分子量 600) 6 g  
水で 1 リットルに仕上げる。

【0054】

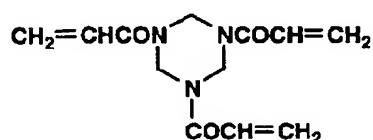
(C-1)



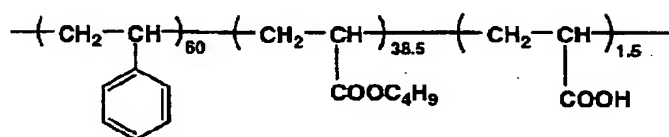
(C-2)



(C-3)



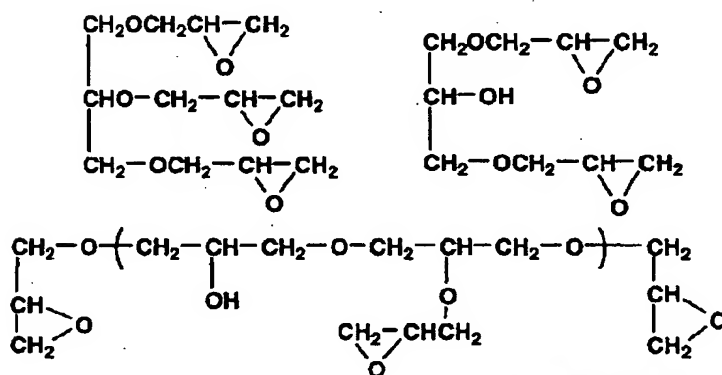
(C-4)



【0055】

\* \* 【化2】

(C-5)



の3種の混合物

【0056】(支持体の熱処理) 上記の下引済み支持体の下引乾燥工程において、支持体を140℃で加熱し、その後徐々に冷却した。

【0057】(ハロゲン化銀乳剤Aの調製) 水900ml中にイナートゼラチン7.5g及び臭化カリウム10mgを溶解して温度35℃、pHを3.0に合わせた後、硝酸銀74gを含む水溶液370mlと(98/2)のモル比の臭化カリウムと沃化カリウムを含む水溶液及び【Ir(NO)Cl<sub>2</sub>】塩を銀1モル当たり1×10<sup>-6</sup>モル及び塩化ロジウム塩を銀1モル当たり1×10<sup>-6</sup>モルを、pAg7.7に保ちながらコントロールドダブルジェット法で添加した。その後4-ヒドロキシ-

6-メチル-1,3,3a,7-テトラザインデンを添加しNaOHでpHを5に調整して平均粒子サイズ0.06μm、単分散度10%の投影直径面積の変動係数8%、【100】面比率87%の立方体沃臭化銀粒子を得た。この乳剤にゼラチン凝集剤を用いて凝集沈降させ脱塩処理後フェノキシエタノール0.1gを加え、pH5.9、pAg7.5に調整して、ハロゲン化銀乳剤Aを得た。さらに塩化金酸及び無機硫黄で化学増感を行った。

【0058】(ベヘン酸Na溶液の調製) 945mlの純水にベヘン酸32.4g、アラキジン酸9.9g、ステアリン酸5.6gを90℃で溶解した。次に高速で攪

拌しながら1.5モル/リットルの水酸化ナトリウム水溶液98mlを添加した。次に濃硝酸0.93mlを加えた後、55℃に冷却して30分攪拌させてベヘン酸Na溶液を得た。

【0059】(ベヘン酸銀とハロゲン化銀乳剤Aのブレフォーム乳剤の調製) 上記のベヘン酸Na溶液に前記ハロゲン化銀乳剤Aを15.1g添加し水酸化ナトリウム溶液でpH8.1に調整した。その後1モル/リットルの硝酸銀溶液147mlを7分間かけて加え、さらに20分攪拌し限外濾過により水溶性塩類を除去した。できたベヘン酸銀は平均粒子サイズ0.8μm、単分散度8%の粒子であった。分散物のフロックを形成後、水を10 取り除き、更に6回の水洗と水の除去を行った後乾燥さ\*

酢酸セルロース(10%メチルエチルケトン溶液)	15ml/m <sup>2</sup>
染料-1	7mg/m <sup>2</sup>
染料-2	7mg/m <sup>2</sup>
マット剤: 単分散度15%平均粒子サイズ10μm単分散シリカ	30mg/m <sup>2</sup>
C <sub>9</sub> H <sub>17</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -SO <sub>3</sub> Na	10mg/m <sup>2</sup>

#### 感光層面側塗布

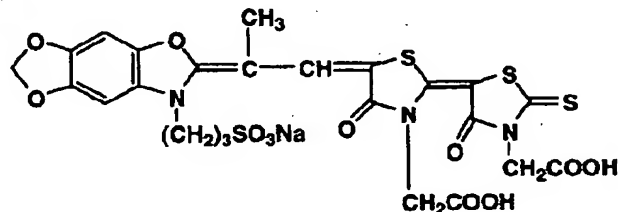
以下に示すように、感光層と表面保護層を押し出し同時重層塗布方式により塗布を実施した。

#### 【0063】感光層1

ブレフォーム乳剤	240g
増感色素(0.1%メタノール溶液)	1.7ml
臭化カルシウム(0.1%メタノール溶液)	1.7ml
カブリ防止剤(10%メタノール溶液)	1.2ml
2-(4-クロロベンゾイル)安息香酸(12%メタノール溶液)	9.2ml
2-メルカプトベンズイミダゾール(1%メタノール溶液)	11ml
トリプロモメチルスルホキノリン(5%メタノール溶液)	17ml
現像剤(20%メタノール溶液)	29.5ml

#### 【0065】

#### 増感色素



#### 【0066】表面保護層

以下の組成の液を感光層の上に塗布した。

アセトン	35ml/m <sup>2</sup>
メチルエチルケトン	17ml/m <sup>2</sup>
酢酸セルロース	2.3g/m <sup>2</sup>
メタノール	7ml/m <sup>2</sup>
フタラジン	250mg/m <sup>2</sup>
4-メチルフタル酸	180mg/m <sup>2</sup>

\* せた。

【0060】(感光性乳剤の調製) 上記のごとくして作製したブレフォーム乳剤にポリビニルブチラール(平均分子量3000)のメチルエチルケトン溶液(17質量%)544gとトルエン107gを徐々に添加して混合した後に、4000rpmで分散させた。前記支持体上に以下の各層を順次形成し、試料を作製した。尚、塗布工程の温度は20℃、塗布速度は200m/分とし、他の条件は各々表1に示す通りである。

#### 【0061】バック面側塗布

以下の組成の液を塗布した。

#### 【0062】

20\*以下の組成の液を塗布銀量が2.1g/m<sup>2</sup>になる様に塗布した。

#### 【0064】

※

★ ★【化3】

☆【0067】

☆

13	テトラクロロフタル酸	150mg/m <sup>2</sup>
	テトラクロロフタル酸無水物	170mg/m <sup>2</sup>
	マット剤	
	単分散度10%平均粒子サイズ4μm単分散シリカ	70mg/m <sup>2</sup>
	C <sub>9</sub> H <sub>17</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -SO <sub>3</sub> Na	10mg/m <sup>2</sup>

《露光及び現像処理》上記で作製した熱現像感光材料に810nmの半導体レーザーを有するイメージャーで露光した。その後ヒートドラムを有する自動現像機を用いて、110℃で15秒熱現像処理した。その際、露光及び現像は23℃、50%RHに調湿した部屋で行った。

【0068】《400nmにおける光学透過濃度の測定》(株)島津製作所製分光光度計UV-1200を用いて、現像後試料未露光部の部分の400nmにおける透過濃度を測定した。その中で、濃度が全体平均値より50%低く、その面積が直径5.0μmを越える場合その欠陥点を除き、各濃度の変動を塗布幅手方向に1m当たり100点測定し比較した。

\*【0069】偏差値が3%を上回るものは、実用性が乏しい。

《熱現像後のカブリ濃度の評価》上記で作製した熱現像感光材料を2つに分け、片方を50℃、50%RHの強制劣化装置に5日間投入し、そのカブリ濃度を測定した。ここでいうカブリ濃度とは網点0%の露光をした部分の濃度をいう。値の小さいものほど良く、0.04を上回るものは実用上問題である。

【0070】結果を表1に示す。

【0071】

【表1】

実験 No.	乾燥工程温度(℃)		乾燥時間(分)		水分濃度 (質量%)	不活性ガスを直接当て 始めたときの残留溶媒量 (質量%)	濃度ムラ (標準偏差%)	カブリ	備 考
	第1工程	第2工程	第1工程	第2工程					
1	25	40	1	1	0.2	10	0.1	0.01	本発明
2	28	45	1	1	0.2	20	0.3	0.01	本発明
3	25	40	1	1	0.2	50	1.3	0.01	本発明
4	40	40	0.5	1	0.2	20	1.5	0.01	本発明
5	25	25	1	2	0.2	20	0.2	0.02	本発明
6	40	25	1	1	0.2	20	2.0	0.01	本発明
7	30	47	1	1	0.2	30	0.8	0.01	本発明
8	25	40	1	1	1.7	20	0.2	0.03	本発明
9	28	45	1	1	1.6	10	0.2	0.03	本発明
10	30	47	1	1	1.4	30	0.8	0.03	本発明
11	30	30	1	1	1.6	70	4.5	0.05	比 較
12	25	40	1	1	1.0	10	0.1	0.02	本発明
13	30	30	1	1	0.2	30	0.8	0.02	本発明
14	30	30	1	1	1.5	20	0.5	0.03	本発明

【0072】尚、塗布工程に続く乾燥工程で、吹き出される不活性ガスが、直接塗布物表面に当たらないように吹き出し方向を調整しなかったものは、塗布ムラが生じ、それに基づく現像後の濃度ムラも発生した。

【0073】実験No. 11は、本発明外の比較である。その他のものは、何れかの本発明の範囲内にあり、性能的に一応実用性のある特性を示している。中でも実験No. 1は、請求項1で規定する乾燥工程条件も、請求項13で規定する水分濃度と残留溶媒量の規定においても範囲内にあり、そのため特に優れた特性を持つことがわかる。

【0074】

【発明の効果】本発明により、溶剤を使用した感光材料及び表示材料の製造を行う場合において、使用されてい

る溶剤の回収効率を上げながらも、乾燥後の塗膜表面の品質を良好に保つための塗布乾燥装置、塗布乾燥方法及び塗膜表面の品質を良好に保った塗布物を提供することが出来る。

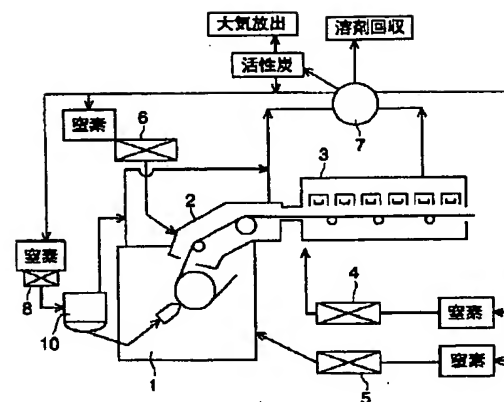
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明が適用される塗布乾燥装置の構成図。

【符号の説明】

- 1 塗布工程
- 2 第1乾燥工程
- 3 第2乾燥工程
- 4、5、6、8 熱交換機
- 7 凝集装置
- 10 調液釜

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2H023 EA01 EA05  
 2H123 AB00 AB03 AB25 BC00 BC01  
 BC10 CB00 CB03  
 3L113 AA02 AB02 AC28 AC35 AC45  
 AC46 AC49 AC64 BA32 DA01  
 DA21 DA24  
 4D075 AC02 BB24Z BB57Z BB95Z  
 CA47 DA04 DC27 EA05  
 4F042 AA22 BA11 BA19 CC07 DB36  
 DE04 DE07 DE09